

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-329606

(43)Date of publication of application : 22.12.1997

(51)Int.Cl.

G01N 37/00  
G01B 11/30

(21)Application number : 08-149281

(71)Applicant : SEIKO INSTR INC

(22)Date of filing : 11.06.1996

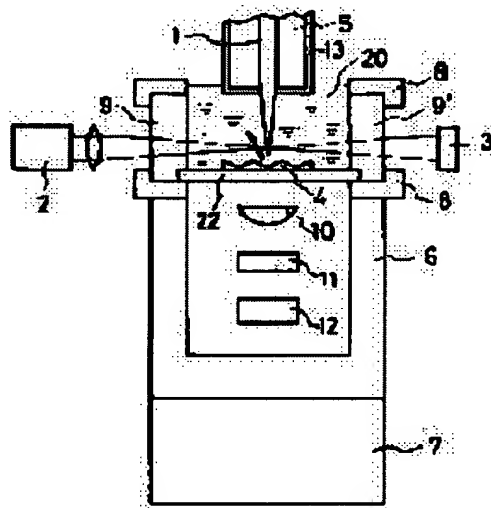
(72)Inventor : MURAMATSU HIROSHI

## (54) SCANNING NEAR FIELD MICROSCOPE WITH IN-LIQUID OBSERVATION FUNCTION

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a horizontal oscillation type scanning near field microscope in which a stabilized in-liquid observation is ensured.

**SOLUTION:** A resilient optical probe 1 having pointed tip is oscillated in the direction substantially horizontal to the surface of a sample. Variation in the oscillation characteristics of the probe 1 is then detected by an optical detection means and the distance between the probe and the sample is controlled before observing the surface profile and the optical properties of the sample. The microscope comprises a light guide window 9 partially touching a liquid 20 directly, and a liquid holding cell 8 and the essential oscillatory part of the probe 1 is immersed entirely into the liquid.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-329606

(43) 公開日 平成9年(1997)12月22日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 37/00			G 0 1 N 37/00	D
G 0 1 B 11/30			G 0 1 B 11/30	Z

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-149281

(22) 出願日 平成8年(1996)6月11日

(71) 出願人 000002325

セイコーインスツルメンツ株式会社  
千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地

(72) 発明者 村松 宏

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコー電子工業株式会社内

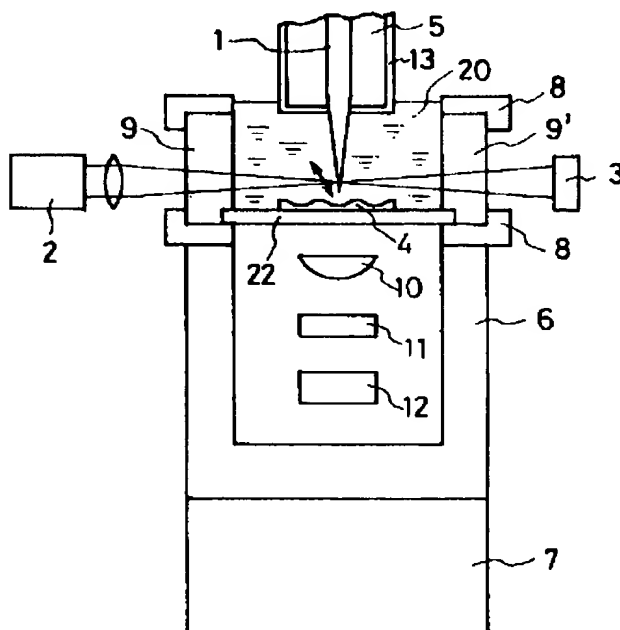
(74) 代理人 弁理士 林 敬之助

(54) 【発明の名称】 液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 水平振動タイプの走査型近視野顕微鏡において、安定な液中観察を可能にする。

【解決手段】 先端を尖鋭化させた光プローブが弾性を有し、試料面に対して実質的に水平にプローブを振動させ、プローブの振動特性の変化を光学的検出手段によって検知することで、プローブ-試料間の距離制御を行い、試料表面の形状と光学的特性を観察する走査型近視野顕微鏡において、一部が液体に直接接する光導入用窓と液体保持セルとを有し、プローブの実質的な振動部分全体が、液中に浸漬する構造である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 先端を尖鋭化させた光プローブが弾性を有し、この弾性によって試料面に対して実質的に水平に前記プローブを振動させ、プローブの振動特性の変化を光学的検出手段によって検知することで、プローブ-試料間の距離制御を行い、同時に水平方向の2次元走査手段によって、試料表面の形状を観察し、かつ、光学的特性を観察する走査型近視野顕微鏡において、一部が液体に直接接する光導入用窓と液体保持セルとを有し、前記プローブの実質的な振動部分全体が、液中に浸漬する構造である液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項2】 前記光導入窓が液体保持セルに設けられた光透過性の窓であり、この光透過性窓が、プローブをはさんで少なくとも1対あることを特徴とする請求項1記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項3】 前記光透過性窓が試料面に対して垂直であり、前記光学的検出手段が光源と光検出器で構成され、光源から発生する検出光の光軸が試料面に対して、実質的に水平に前記プローブ先端部に当てられる構成であることを特徴とする請求項2記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項4】 前記検出光が試料表面に対して斜め上方から前記プローブ先端部に当てられ、試料基板での反射光によってプローブの振幅を検出することを特徴とする請求項2記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項5】 前記光透過性窓における検出光の入射および出射面が、検出光の光軸に対して実質的に垂直となる角度であることを特徴とする請求項4記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項6】 前記光導入用窓に対向する光反射板を有することを特徴とする請求項1記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項7】 前記光反射板が前記光透過性窓に対して、一定の角度を有し光源からの検出光の光軸を光源からずらして反射させる構成である請求項6記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項8】 前記検出光が試料表面に対して斜め上方からプローブ先端部に当てられ、試料基板での反射光をさらに、前記光反射板によって反射させ、前記光透過性窓から検出光を取り出すことを特徴とする請求項6記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

【請求項9】 前記光透過性窓における検出光の入射および出射面が、検出光の光軸に対して実質的に垂直となる角度であることを特徴とする請求項8記載の液中観察機能付き走査型近視野顕微鏡。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、物質間に働く原子間力を利用して、計測物質の表面形状を観察するとともに、光伝搬体からなるプローブによって、同時に計測物

質の微細領域での光学特性を観察する走査型近視野原子間力顕微鏡に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より、走査型近視野顕微鏡は、光の波長以下の分解能で光学像を提供する技術として利用されている。この走査型近視野顕微鏡のうち、プローブに先端を尖鋭化した光ファイバーやピペットを用い、試料表面に対して水平に振動させ、プローブの振動特性の変化を光学的検出手段によって検知することで、プローブ-試料間の距離制御を行い、同時に水平方向の2次元走査手段によって試料表面の形状を観察し、かつ、光学的特性を観察する方式が走査型近視野顕微鏡の1つの主要な方式として用いられている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 走査型近視野顕微鏡の重要な応用分野として、生物、電気化学などの分野が挙げられるが、これらの分野において、観察を行おうとした場合、液中での観察が不可欠である。プローブを水平に振動させるタイプの走査型近視野顕微鏡で液中観察を行おうとした場合、図7に示すように試料の入った液体保持セル8にプローブ1の先端部を挿入して使用しようとする、図8に示すように、プローブ1の振幅は、プローブ1をサンプルに近づけるに従って徐々に減少していき（アプローチ領域）、その後、ようやくサンプル-プローブ間の相互作用によって生じる振幅の減少が観測されるようになる（サンプル-プローブ間近接領域）。この相互作用の生じる領域は、サンプル-プローブ間が20nm程度に近接した領域である。本来、空気中では、サンプル-プローブ間のアプローチにともなう振幅の減少は生じないため、振幅の減少が始まった時点で、サンプル表面にプローブが近接したと判断できる。しかしながら、液中で図8のように振幅が減少する場合、励振用圧電素子の励振電圧に対するプローブの振幅は、プローブの長さの違いや検出位置によって変化することから、プローブ振幅の絶対値を用いた距離制御はできない。このためプローブ振幅の減少の傾き変化を検出して、アプローチする必要がある。しかし、通常のステッピングモーターを用いた粗動アプローチではステップ的にサンプル-プローブ間を接近させ、サンプル-プローブ間が近接した際に、Z方向のピエゾ素子でサンプル-プローブ間が近づきすぎないように振幅を一定以上保つようにサンプル-プローブ間を制御している。したがって、サンプル-プローブ間が近接していない状態でも振幅減少が起こる場合、このフィードバック作動点を設定することができず、制御が不能になってしまうという問題がある。。さらに、仮に近接距離にアプローチできたとしても、液面振動によって、振幅が変化するため測定を不安定にするという問題があった。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 以上のような問題点は、

サンプルプローブ間のアプローチの際にプローブの振動部の液体中に浸漬される長さが徐々に変化してしまうことにある。したがって、プローブの振動する部分全体を液体中に浸漬することによって、サンプルプローブ間のアプローチや測定において、プローブの振動部の液体中に浸漬される長さの変化に起因するプローブ振幅の変化をなくすることができる。この場合、プローブの振幅を光学的に検出するために液体を保持するセルに光導入用の窓を一部液体に接する形で設ける必要がある。

#### 【0005】

【発明の実施の形態】本発明の実施例を図面に基づいて説明する。図1は本発明による液中観察用走査型近視野顕微鏡の第1の実施例を示す模式図である。光プローブ1は、絶縁被覆13を施した圧電振動体5に固定されており、試料基板22の上に置かれた試料4の試料面に対して、プローブ先端部が水平に振動するようになっている。プローブ先端の振動を図中のプローブ先端近傍の矢印で示す。プローブ1は、実質的に振動する部分である圧電振動体に固定された位置より下の部分全体が液体に浸漬されている。液体保持セル8には、光導入窓である光透過性窓9が設けられており、光源2から出たプローブ振動検出のための検出光が液体中に障害なく侵入することができる。プローブ先端部に当たった光は、光透過性窓9'を通して、差動型的光検出器3に入力され、プローブ振幅の変化が検出される。

【0006】本実施例においては、液体保持セル8は、XYZ微動素子6の上に保持されており、プローブとの水平(XY)および垂直(Z)方向の相対移動が可能となっている。さらに、この微動素子6は、Z軸粗動機構7上に配置されており、サンプルプローブ間が離れた状態から、アプローチできるようになっている。

【0007】図2は、本発明の装置によって得られるサンプルプローブ間距離とプローブの振幅との関係を示したものである。図2に示したように、サンプルプローブ間の相互作用が起きるまで、アプローチ領域では振幅は一定であり、安定なサンプルプローブ間の距離制御が可能である。なお、絶縁被覆13は、電解質溶液を用いる場合に、圧電素子上の2つの電極間を絶縁できればよく、片方の電極が液体に直接接していても支障はない。

【0008】図1の実施例は、プローブ1をはさんだ1対の光透過性窓9、9'が、液体保持セル8に設けられており、この光透過性窓が、試料面に対して垂直であり、光学的検出手段が光源2と光検出器3で構成され、光源から発生する検出光の光軸が試料面に対して、実質的に水平にプローブ先端部に当てられる構成である。

【0009】次に、第2の実施例として、検出光が試料表面に対して斜め上方からプローブ先端部に当てられ、試料基板での反射光によってプローブの振幅を検出する構成を示す。図3の装置は、検出光の光軸が試料表面に

対して斜め上方からプローブ先端部に当てられ、試料基板での反射光を検出する構成である。検出用光源2から出た光は、光透過性窓9、9'における検出光の入射および出射面が、不用な反射を防ぐため検出光の光軸に対して実質的に垂直となる角度にしてある。プローブ先端に一部当たった光は、ガラス試料基板の下面において、斜め上方に反射し、光透過性窓9'を通して、光検出器12で振幅が検出される。

【0010】以上の実施例では、1対の光透過性窓を用いる構成について述べた。次に、第3の実施例として、光導入用窓に対向する位置に光反射板を設けた構成の装置について述べる。この場合は、図4に示すように、光反射板21が光透過性窓9に対して、一定の角度を有し光源からの検出光の光軸をずらして反射させる構成になっている。尚、図4においては、図が煩雑になるのを防ぐため液体20の記載を省略しているが、実際にはプローブ1は液中にあるのは言うまでもない。一方、図5に示すように、振幅検出用光源2より出た検出光が、光透過性窓9を通過し、試料4の表面に対して斜め上方からプローブ先端部に当てられ、試料基板22の下面での反射光をさらに、前記光反射板21で反射させ、前記光透過性窓9から取り出した検出光を光検出器3で検出する構成も可能である。図5に示す装置では、光透過性窓における検出光の入射および出射面が、検出光の光軸に対して実質的に垂直となる角度となるようになっている。このような反射板を用いることで、検出光用光源と検出器を近接した位置に配置することができ、検出系をコンパクトに設計することが可能である。尚、図5においては、図が煩雑になるのを防ぐため液体20の記載を省略しているが、実際にはプローブ1は液中にあるのは言うまでもない。

【0011】これまで示した実施例では、液体保持セルに光透過性窓が一体に形成された構造であるが、図6に示す実施例では、独立した光導入窓9、光導出窓9'を設けた装置を示す。光源2からの検出光は、液体保持セルとは独立して形成された光導入窓9を介して液中のプローブ1の先端に当たり、試料4を透過し試料基板22の下面で反射する。反射光は、液体保持セルとは独立して形成された光導出窓9'を介して光検出器3で検出される。この場合も、既に示した例と同様、反射板を設けることで、検出系の簡略化を図ることができる。

【0012】走査型近視野顕微鏡としては、プローブ1の先端微小開口からサンプルに当たった光を検出するためのレンズ10、フィルター11、光検出器12が設けられている。この他、図には記載されていないが、観察用光源、プローブへの光カップリング機構などが、装置構成として必要である。

#### 【0013】

【発明の効果】本発明によって、液中において安定な測定が可能な水平振動タイプの走査型近視野顕微鏡を実現

することができるようになった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

【図 2】本発明の水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡におけるプローブ振幅のサンプルプローブ間距離依存性を示す図である。

【図 3】本発明の第 2 の実施例を示す水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

【図 4】本発明の第 3 の実施例を示す水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

【図 5】本発明の第 4 の実施例を示す水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

【図 6】本発明の第 5 の実施例を示す水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

【図 7】従来の水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡の模式図である。

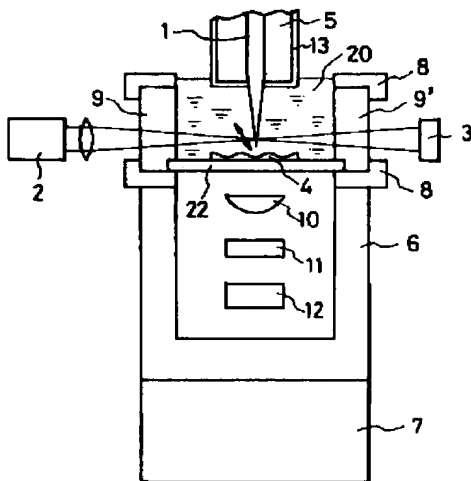
【図 8】従来の水平振動型の液中観察用走査型近視野顕微鏡におけるプローブ振幅のサンプルプローブ間距離

依存性を示す図である。

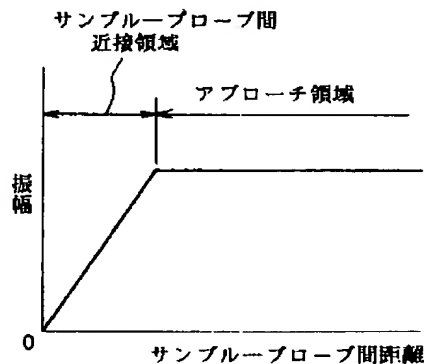
【符号の説明】

- 1 光プローブ
- 2 振幅検出用光源
- 3 差動型光検出器
- 4 試料
- 5 圧電振動体
- 6 X Y Z 微動素子
- 7 粗動機構
- 8 液体保持セル
- 9 光導入用窓
- 10 対物レンズ
- 11 光学フィルター
- 12 光検出器
- 13 絶縁皮膜
- 20 液体
- 21 反射板
- 22 試料基板

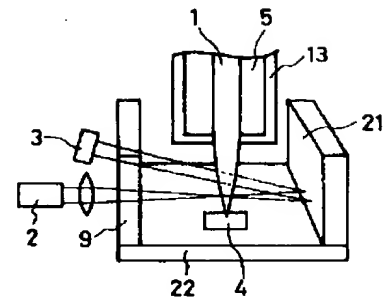
【図 1】



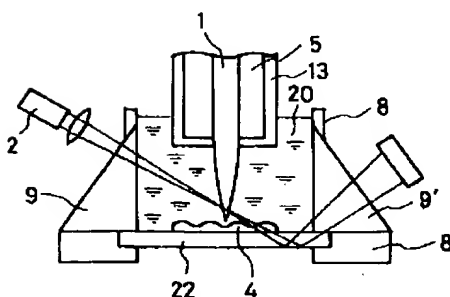
【図 2】



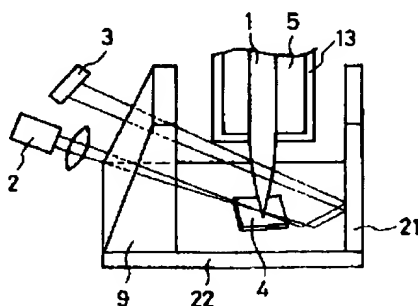
【図 4】



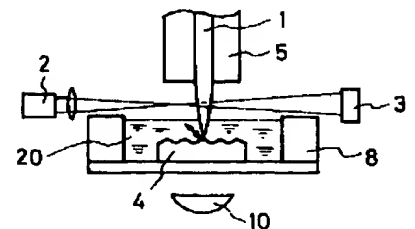
【図 3】



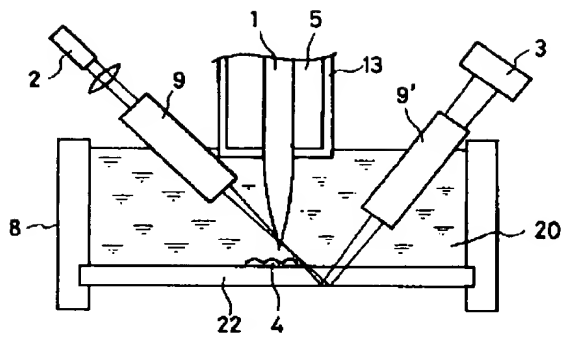
【図 5】



【図 7】



【図 6】



【図 8】

